



①⑨ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 196 52 522 A 1**

⑤① Int. Cl.⁶:
C 07 D 311/72
C 07 J 3/00

②① Aktenzeichen: 196 52 522.5
②② Anmeldetag: 17. 12. 96
④③ Offenlegungstag: 18. 6. 98

DE 196 52 522 A 1

⑦① Anmelder:
Henkel KGaA, 40589 Düsseldorf, DE

⑦② Erfinder:
Schwarzer, Jörg, 40723 Hilden, DE; Johannisbauer,
Wilhelm, 40699 Erkrath, DE; Brügel, Brigitte, 41517
Grevenbroich, DE; Nitsche, Michael, 42655
Solingen, DE

⑤⑥ Entgegenhaltungen:
DE 31 26 110 A1
GB 21 45 079 A
EP 01 71 009 A2
WO 96 14 311

Chem. Abstr. 68 (1968), Ref.14298;
Fat Sci. Technol. 91 (1989), S.39-41;
JAOCS 73/10 (1996), S.1271-1274;

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤④ Verfahren zum Aufkonzentrieren von Tocopherolen und Sterolen

⑤⑦ Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zum Aufkonzentrieren von Tocopherolen und/oder freien Sterolen aus tocopherol- und/oder sterolhaltigen Gemischen von Fetten und/oder Fettderivaten, bei dem man die Gemische direkt einer fraktionierten Destillation und einer Molekulardestillation unterwirft. Vorzugsweise setzt man Dämpferdestillate insbesondere Sojaöl-, Rapsöl- oder Sonnenblumendämpferdestillate zur Aufkonzentrierung ein. Das Verfahren kann auch zeitlich nacheinander in einer entsprechend ausgeführten Apparatur durchgeführt werden. Teilt man die Fettsäure auf in einen Destillat- und einen Seitenstrom, so kann man eine höherwertige Fettsäure gewinnen.

DE 196 52 522 A 1

Beschreibung

Einleitung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Aufkonzentrieren von Tocopherolen und/oder Sterolen aus tocopherol- und/oder sterolhaltigen Gemischen von Fetten und/oder Fettderivaten, bei dem man die Gemische direkt, d. h. ohne vorherige Reaktion oder den Zusatz von Hilfsstoffen, einer fraktionierten Destillation und einer Molekulardestillation unterwirft.

Stand der Technik

Tocopherolverbindungen sind in vielen pflanzlichen und tierischen Ölen enthalten und werden auch als Vitamin E bezeichnet. Die Bezeichnung Vitamin E bezieht sich auf die physiologische Wirkung dieser Nahrungsmittelinhaltsstoffe.

Es sind 8 natürlich vorkommende Substanzen mit Vitamin-E-Wirkung bekannt. Sie sind Derivate des 6-Chromanol und gehören zu 2 Gruppen von Verbindungen. Die erste Gruppe leitet sich vom Tocol ab und trägt eine gesättigte isoprenoide Seitenkette mit 16 C-Atomen. Zu dieser Gruppe gehören alpha-, beta-, gamma- und delta-Tocopherol. Die Verbindungen unterscheiden sich im Methylierungsgrad am Benzolkern des Tocols. Alpha-Tocopherol ist dabei die Substanz mit der stärksten biologischen Vitamin-E-Wirkung und der größten technischen und wirtschaftlichen Bedeutung. Es ist das dominierende Tocopherol im menschlichen und tierischen Gewebe.

Die zweite Gruppe von Substanzen mit Vitamin-E-Wirkung sind die Derivate des Tocotrienols. Sie unterscheiden sich von den anderen Tocopherol-Homologen durch die ungesättigte isoprenoide Seitenkette mit 16 C-Atomen. Die natürlich vorkommenden Toco-Enele zeigen ebenfalls eine Vitamin-E-Wirkung und werden üblicherweise zusammen mit den gesättigten Tocopherol-Homologen aus ihren natürlichen Quellen bei der Gewinnung von Vitamin E isoliert. Die Bezeichnung "Tocopherol" soll in dieser Anmeldung auch diese Tocopherol-Homologen, also alle Substanzen mit Vitamin-E-Wirkung, umfassen.

Die Tocopherole finden wegen ihrer oxidationshemmenden Eigenschaften Anwendung im Nahrungsmittel- und im kosmetisch-pharmazeutischen Bereich sowie als Zusatz in auf natürlichen Ölen basierenden Anstrichfarben.

Die Bezeichnung "Sterol" umfaßt in dieser Anmeldung die Sterole, die auch Sterine genannt werden. Beide Bezeichnungen "Sterol" und "Sterin" werden in dieser Patentanmeldung als gleichbedeutend benutzt. Die Sterole sind 1-wertige sekundäre Steroidalkohole mit 27 bis 30 Kohlenstoffatomen, die die Grundstruktur des Gonans besitzen. Das Kohlenstoffatom 3 des Gonans trägt die Hydroxylgruppe. Die strukturellen Unterschiede der einzelnen bisher in der Natur gefundenen Sterole bestehen im Auftreten von Doppelbindungen innerhalb des Ringsystems, im Eintritt von Substituenten an bevorzugten Stellen und in der Konstitution der Seitenkette, die am Kohlenstoffatom 17 des Gonans verankert ist.

Der wichtigste Vertreter der Sterole ist das Cholesterin, das frei oder verestert in tierischen Organen und Flüssigkeiten, insbesondere im Gehirn, im Rückenmark, den Nebennieren, im Lebertran und im Wollfett vorkommt. Cholesterin gehört zu den sogenannten Zoosterinen, mit denen man die in tierischen Fetten enthaltenen Sterine bezeichnet. Die pflanzlichen Sterine werden Phytosterine genannt. Die wichtigsten Vertreter sind Ergosterin, Stigmasterin, Campesterin und Sitosterin. Die Sterine oder Sterole sind wertvolle Ausgangsstoffe in der Synthese von Pharmazeutika, insbe-

sondere von Steroidhormonen, z. B. Corticosteroiden und Gestagenen. Zum Beispiel kann Stigmasterin leicht zum Progesteron umgewandelt werden.

Die Ausgangsgemische zum Gewinnen von Tocopherol und Sterol können eine Vielzahl von pflanzlichen und tierischen Substanzen sein. Die höchsten Konzentrationen von Tocopherol finden sich in pflanzlichen Ölen wie Weizenkeim-, Mais-, Soja- und Palmkernöl. Tocopherol findet sich jedoch auch in anderen Pflanzenölen, zum Beispiel Safloröl, Erdnußöl, Baumwollkeimöl, Sonnenblumenöl, Rapsöl, Palmöl und anderen Pflanzenölen.

Die natürlichen Pflanzenöle enthalten nur geringe Mengen an Tocopherol. Eine Aufkonzentrierung ist für gewerbliche Anwendungen erwünscht. Verunreinigungen sollen ferner abgetrennt werden, um die antioxidierende Wirkung und die Vitamin-E-Aktivität zu verstärken. Die wichtigsten natürlichen Quellen für Tocopherol sind daher nicht die Pflanzenöle selbst, sondern die bei der Desodorierung pflanzlicher und tierischer Öle anfallenden Wasserdampfdestillate, die auch Dämpferdestillate genannt werden. Hier fallen die Tocopherole zwar konzentriert, aber gemischt mit Sterol und Sterolestern, freien Fettsäuren sowie Triglyceriden an. Besonders interessant sind die Destillate aus der Desodorierung von Sojaöl, Rapsöl und Sonnenblumenöl. Auf die besondere Eignung von Sojaöl als Quelle für Tocopherole wird zum Beispiel in Fat Sci. Technol., 91. Jahrgang, 1989, S. 39 bis 41, in einem Vergleich der Desodorierungsdestillate von Soja- und Rapsöl hingewiesen. Je nach Desodorierungsverfahren enthalten die Destillate zwischen 1 und 10 Gew.-% Mischtocopherole und in gleicher Größenordnung Sterole, die in überwiegender Menge in ihrer Esterform vorliegen.

Zum Aufkonzentrieren von Tocopherol sind unterschiedliche Verfahren, allein oder in Kombination, bekannt, nämlich Veresterung, Verseifung, fraktionierende Extraktion und Destillation. So werden Tocopherol-Konzentrate nach der DE 31 26 110 A1 aus Nebenprodukten der Desodorierung von Ölen und Fetten dadurch gewonnen, daß die in diesen enthaltenen freien Fettsäuren durch Anlagerung eines Alkohols verestert oder die freien Fettsäuren aus den Destillaten abdestilliert werden, woraufhin diese Produkte einer Hydrierung und anschließend einer Lösungsmittelfraktionierung zur Extraktion der Tocopherole unterworfen werden. Aus dem gleichen Dokument ist ein anderes Verfahren zum Aufkonzentrieren von Tocopherol bekannt. Hier werden die Desodorierungsdestillate einer Umesterung mit Methanol unterworfen und die Fettsäuremethylester abdestilliert. Der Rückstand wird durch Molekulardestillation aufkonzentriert.

Ein weiteres, aus der EP 171 009 A2 bekanntes Verfahren bringt das Tocopherolhaltige Material mit einer ausreichenden Menge eines polaren organischen Lösungsmittels in Kontakt, das die Tocopherole, aber nicht die Verunreinigungen löst. Die mit Tocopherol angereicherte polare Phase wird abgetrennt und aus dieser das Tocopherol gewonnen.

Ferner ist die Abtrennung der Tocopherole durch Adsorption an basischen Anionenaustauschern bekannt. Diese Variante ist möglich, wenn das Gemisch keine oder nur wenig Fettsäuren enthält. Die Sterole, Glyceride und andere neutrale oder basische Substanzen werden nicht adsorbiert (Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie, 4. Auflage, Band 23, 1984, S. 645).

Die GB 2 145 079 A beschreibt in einem Beispiel die Verwendung saurer Ionenaustauscher als Katalysator zur Veresterung von in Rapsöl-Destillat enthaltenen freien Fettsäuren mit 5 Volumenteilen Methanol, bezogen auf 1 Volumenteil Desodorierungsdestillat. Da in Methanol unlösliche Bestandteile ausfallen, wird die Veresterung in einer

Wirbelschicht vorgenommen. Die Notwendigkeit der Wirbelschicht führt zu einem aufwendigen Verfahren, dessen Wirtschaftlichkeit bei großtechnischer Durchführung zweifelhaft ist.

Außerdem ist die fraktionierte Kristallisation zur Abtrennung der Sterole von den Tocopherolen nach der Aufkonzentrierung bekannt. Dabei geht Tocopherol in Lösung und Sterol kristallisiert aus. Auch eine destillative Trennung von Tocopherol und Sterol ist möglich, aber dabei wird Sterol, zumindest zum Teil, zerstört.

Auch in neuerer Zeit lassen die Bemühungen bessere Verfahren zur Gewinnung von Tocopherolen zu finden nicht nach. So wird in einem Artikel von Gosh und Bhattacharyya (JAOCs, Vol. 73, No. 10 (1996)) darauf hingewiesen, daß ein Bedarf an neuen Prozessen zum Gewinnen von Tocopherolen und Sterolen besteht. In diesem Artikel wird ein Verfahren vorgestellt, bei dem ausgehend von Sojaöldämpferdestillat zunächst eine enzymatische Hydrolyse durchgeführt wird, anschließend erfolgt die Veresterung der freien Fettsäuren – ebenfalls enzymatisch – und schließlich erfolgt die Aufkonzentration der Tocopherole und Sterole durch fraktionierte Destillation. Mit Hilfe dieses recht aufwendigen Verfahrens konnten 70 Gew.-% des Tocopherols bezogen auf das Dämpferdestillat gewonnen werden.

Gemeinsam ist allen bekannten Verfahren, daß sie in der Regel recht aufwendig sind. Bei der Abtrennung der ökonomisch gesehen eher geringwertigen Fettsäurekomponenten, die aber dennoch den deutlich größten Anteil der Masse des Dämpferdestillats ausmachen, fallen hohe Kosten an. Ein weniger aufwendiges Verfahren, daß ohne Reaktionsschritt oder andere Hilfsstoffe wie Lösungsmittel auskommt ist die Molekulardestillation.

So wird von Kim und Rhee (Korean J. Food Sci. Technol. Vol 14, No. 2 (1982)) anhand der Gegenüberstellung unterschiedlicher Verfahren zur Gewinnung von Tocopherol und Sterol ein Verfahren basierend auf molekularer Destillation als effizienteste Methode herausgestellt. Bei diesem Verfahren wird das Dämpferdestillat direkt, ohne vorherige Aufarbeitung einer molekularen Destillation unterworfen – lediglich eine Entgasung des Materials ist ratsam. Bei dieser ersten molekularen Destillation werden jedoch mit den freien Fettsäuren gleichzeitig 15 Gew.-% der Tocopherole und 10 Gew.-% der Sterole mit abgetrennt. Anschließend erfolgt noch eine zweite molekulare Destillation und man erhält die Tocopherole in einer Ausbeute von ca. 70 Gew.-% und die Sterole von ca. 60 Gew.-% bezogen auf das eingesetzte Dämpferdestillat. Ein wesentlicher Nachteil dieses Verfahrens sind natürlich die hohen Tocopherolverluste. Dies ist von besonderer Bedeutung, weil der Wert des im Dämpferdestillat enthaltenen Tocopherols vielfach den Wert aller übrigen Komponenten übersteigt und somit den Rohstoffpreis bestimmt. Weiterhin sind die zur Verfügung stehenden Mengen an Dämpferdestillat nicht beliebig vermehrbar, da sie nur als Kuppelprodukt der Speiseölproduktion anfallen.

Die komplexe Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es daher ein Verfahren zur Aufkonzentrierung von Tocopherolen und Sterolen – ausgehend von tocopherol- und/oder sterolhaltigen Gemischen von Fetten und/oder Fettderivaten – bereitzustellen, welches technisch leicht durchzuführen ist und mit wenigen Verfahrensschritten auskommt, aber gleichzeitig die Verluste an Tocopherol während der Aufarbeitung minimiert. Weiterhin sollte das Verfahren erlauben, auch Dämpferdestillate mit einem Tocopherolgehalt unterhalb von 3 Gew.-% mit hohen Ausbeuten aufzuarbeiten.

Beschreibung der Erfindung

Gegenstand der Erfindung ist demnach ein Verfahren zur

Aufkonzentrierung von Tocopherolen und/oder Sterolen ausgehend von tocopherol- und/oder sterolhaltigen Gemischen von Fetten und/oder Fettderivaten, bei dem man die Gemische direkt einer fraktionierten Destillation und einer Molekulardestillation unterwirft.

Es wurde nun überraschenderweise gefunden, daß sich durch Einsatz einer fraktionierten Destillation für die Abtrennung der freien Fettsäure, die aus dem Stand der Technik bekannten hohen Verluste an Tocopherolen vermeiden lassen. Es lassen sich so mit einem nur zweistufigen Verfahren mehr als 90% des Tocopherols und/oder 80% des freien Sterols aus den Gemischen der Fette und/oder Fettderivate aufkonzentrieren.

Fette und Fettderivate

Als Ausgangsmaterial für das der Erfindung zugrundeliegende Verfahren eignen sich eine Vielzahl unterschiedlicher, Tocopherol und Sterol enthaltender Gemische. Insbesondere ist es vorteilhaft, wenn man von Sojaöl-, Rapsöl oder Sonnenblumenöl-Dämpferdestillat ausgeht. Dieses wird durch Wasserdampfdestillation des rohen Öls als erste Stufe des Desodoriervorganges gewonnen. Das Destillat enthält bis zu 20% Sterol, 8% Tocopherol, 20% freie Fettsäuren und als Hauptbestandteil Triglyceride (Ullmann, a.a.O.).

Das Verfahren ist jedoch nicht auf Dämpfer-Destillate pflanzlicher Öle und Fette beschränkt. Es läßt sich auch vorteilhaft auf Tallöl anwenden. Tallöl ist eines der wirtschaftlich wichtigsten Nebenprodukte des Cellulose-Sulfat-Verfahrens bei der Papierherstellung. Es wird durch Ansäuern des bei diesem Verfahren anfallenden Natriumsalz-Gemisches von Harz- und Fettsäuren erhalten. Tallöl ist ein natürliches Gemisch aus Harzsäuren vom Typ der Abietinsäure, gesättigten und ungesättigten Fettsäuren sowie Fettsäureestern und Unverseifbarem. Das Unverseifbare enthält neben höheren Alkoholen und Kohlenwasserstoffen auch Sterole.

Auch andere, Tocopherol-enthaltende Gemische lassen sich mit dem erfindungsgemäßen Verfahren aufarbeiten, zum Beispiel der bei der Rapsöl-Methylester-Herstellung anfallende Rückstand, der ebenfalls Sterole und Sterolester enthält.

Fraktionierte Destillation

Die fraktionierte Destillation wird gemäß den aus dem Stand der Technik bekannten Verfahren durchgeführt. Hierzu wird vorzugsweise eine mit einer Hochleistungsgewebepackung (z. B. Sulzer BX) ausgestattete Destillationskolonne verwendet. Als Sumpfverdampfer wird bevorzugt ein gewischter Dünnschichtverdampfer mit einmaligem Durchlauf des Produkts verwendet. Als Alternative ist auch die Verwendung eines Fallfilmverdampfers mit minimiertem Hold-up möglich. (z. B. K. Sattler, Thermische Trennverfahren, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim, 1988, S. 503–507). Wesentlich zur Erzielung einer hohen Ausbeute ist die Minimierung der thermischen Belastung des Materials. Um eine möglichst vollständige Rückhaltung des Tocopherols und des Sterols im Sumpfprodukt bei gleichzeitig möglichst vollständiger Abtrennung der freien Fettsäuren und anderer im Vergleich zum Tocopherol leicht siedenden Komponenten zu gewährleisten, werden vorzugsweise Kolonnen mit 3 bis 10, insbesondere 5 theoretischen Trennstufen eingesetzt. Packungslängen von mindestens 1, insbesondere mindestens 2 m sind bevorzugt. Andererseits darf die Packung nicht zu lang sein, damit der Sumpfdruck und damit die Sumpftemperatur nicht zu stark ansteigen. Typischerweise wird die fraktionierte Destillation bei einem

Kopfdruck von 0,5 bis 10, vorzugsweise 1 bis 6 mbar, bei einem Sumpfdruck von 1 bis 30, insbesondere 5 bis 10 mbar und bei Sumpftemperaturen zwischen 200 und 350, insbesondere 250 und 300°C durchgeführt.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform kann diese Destillationskolonne einen Seitenabzug aufweisen, so daß eine Fettsäurefraktion als Seitenstrom abgezogen werden kann und man zu einer qualitativ hochwertigeren Fettsäure gelangt. Im Rahmen der fraktionierten Destillation werden so die freien Fettsäuren und andere leichtsiedende Komponenten aus dem Gemisch entfernt ohne, daß gleichzeitig Tocopherole und/oder Sterole mit abgezogen werden.

Molekulardestillation

In einem zweiten Verfahrensschritt wird der Sumpf der fraktionierten Destillation noch einer Molekulardestillation unterworfen. Es werden Tocopherol und freies, d. h. unverestert vorliegendes, Sterol von hochsiedenden Bestandteilen des Dämpferdestillats wie z. B. Triglyceriden abdestilliert. Hierbei wird vorzugsweise ein gewischter Dünnschichtverdampfer verwendet, der einen integrierten Kondensator aufweist. (K. Sattler, a. a. O., S. 118-120). Dadurch läßt sich ein genügend kleiner Destillationsdruck erreichen, so daß Tocopherol und freies Sterol ohne übermäßige thermische Belastung abdestilliert werden können. Der typische Druck bei diesem Schritt liegt bei 10^{-2} bis $3 \cdot 10^{-1}$ mbar. Die Temperaturen liegen wiederum zwischen 200 und 350°C, insbesondere 250 und 300°C.

Beide Verfahrensschritte können auch in einer Anlage zeitlich nacheinander ausgeführt werden, wenn der Verdampfer der Molekulardestillation als Sumpfverdampfer für die Kolonne verwendet wird. Bei dieser Betriebsart wird während der fraktionierten Destillation der integrierte Kondensator des Verdampfers nicht benutzt. Für den zweiten Schritt muß das Vakuumsystem unter Umgehung der Kolonne durch z. B. ein Brüdenrohr direkt mit dem Verdampfer verbunden werden.

Ist die Menge der freien Fettsäuren und der übrigen relativ leichtsiedenden Komponenten im Vergleich zur Menge an schwer siedenden Komponenten sehr klein, so kann es auch vorteilhaft sein, die Reihenfolge der Schritte umzukehren. Dann werden freie Fettsäuren, Tocopherol, freies Sterol und andere Leichtsieder in einer Molekulardestillation von den schwersiedenden Komponenten wie z. B. Triglyceriden abdestilliert. Dieses Destillat wird dann der oben beschriebenen Fraktionierung unterzogen, wobei das Tocopherol-Sterol-Konzentrat als Sumpfprodukt anfällt.

Beispiele

Beispiel 1

Dämpferdestillat aus der Sojaölraffination wurde in einer Pilotkolonne (Durchmesser 70 mm), gepackt mit einer strukturierten Gewebepackung von 1 m Länge, und einem gewischten Dünnschichtverdampfer ($0,065 \text{ m}^2$) fraktioniert. Der Kopfdruck der Kolonne betrug 6 mbar. Die Temperatur des Heizmediums 280°C. Das Ausgangsmaterial hatte eine Tocopherolkonzentration von 6,2% und eine freie Sterolkonzentration von 6,9%. Die Säurezahl betrug 93. 51% des Einsatzes wurden als Destillat abgetrennt. Im Destillat wurde kein Tocopherol und 0,1% Sterol gefunden. Die Säurezahl des Destillats war 168. Die Konzentration im Sumpfprodukt betrug 13,9% Tocopherol und 11,9% Sterol. Die Säurezahl des Sumpfproduktes betrug 13. Das Sumpfprodukt wurde einer Molekulardestillation unterzogen bei einem Druck von 0,08 mbar und einer Heizmitteltemperatur

von 280°C. 60% des Einsatzes für die Molekulardestillation wurden als Destillat (=Dämpferdestillatkonzentrat) abgezogen. Das Konzentrat hatte eine Tocopherolkonzentration von 24,9% und eine Sterolkonzentration von 20,3%. Im Rückstand wurden nur Spuren von Tocopherol (0,2%) und freiem Sterol (0,3%) gefunden. Die Tocopherol- und Sterolausbeute des Gesamtprozesses lag nominell über 100%, die freie Sterolausbeute bei 85%.

Beispiel 2

Dämpferdestillat aus der Rapsölraffination wurde einer Molekulardestillation unterzogen bei einem Druck von 0,07 mbar und einer Heizmitteltemperatur von 290°C. Das Ausgangsmaterial hatte eine Tocopherolkonzentration von 3,3% und eine freie Sterolkonzentration von 2,8%. 77% des Einsatzes für die Molekulardestillation wurden als Destillat abgezogen. Das Destillat hatte eine Tocopherolkonzentration von 4,5% und eine Sterolkonzentration von 3,5%. Die Säurezahl betrug 95. Im Rückstand wurden nur Spuren von Tocopherol (0,6%) und freiem Sterol (0,5%) gefunden. Das Destillat wurde in einer Pilotkolonne, gepackt mit einer strukturierten Gewebepackung, und einem gewischten Dünnschichtverdampfer fraktioniert. Der Kopfdruck der Kolonne betrug 1,6 mbar. Die Temperatur des Heizmediums 275°C. 51% des Einsatzes wurden als Destillat abgetrennt. Im Destillat wurden weniger als 0,1% Tocopherol und 0,1% Sterol gefunden. Die Säurezahl des Destillats war 164. Die Konzentration im Sumpfprodukt (=Dämpferdestillatkonzentrat) betrug 7,7% Tocopherol und 5,8% Sterol. Die Säurezahl des Sumpfproduktes betrug 27. Die Tocopherol- und Sterolausbeute des Gesamtprozesses lag nominell über 100%, die freie Sterolausbeute bei 85%.

Beispiel 3

Dämpferdestillat aus der Rapsölraffination wurde in einer Pilotkolonne, gepackt mit einer strukturierten Gewebepackung, und einem gewischten Dünnschichtverdampfer fraktioniert. Der Kopfdruck der Kolonne betrug 1,8 mbar. Die Temperatur des Heizmediums 275°C. Das Ausgangsmaterial hatte eine Tocopherolkonzentration von 2,2% und eine freie Sterolkonzentration von 4,0%. Die Säurezahl betrug 158. 9,2% des Einsatzes wurden als Destillat abgetrennt. Im Destillat wurden 0,1% Tocopherol und 0,1% Sterol gefunden. Die Säurezahl des Destillats war 193. 69% des Einsatzes wurden als Seitenstrom abgezogen. In diesem Seitenstrom wurden kein Tocopherol und 0,2% Sterol gefunden. Die Säurezahl betrug 202,5, d. h. für eine Verwendung als Fettsäure ist der Seitenstrom höherwertig als die entsprechenden Ströme aus den Beispielen 1 und 2. Die Konzentration im Sumpfprodukt betrug 10,9% Tocopherol und 16,4% Sterol. Die Säurezahl des Sumpfproduktes betrug 5,6. Das Sumpfprodukt wurde einer Molekulardestillation unterzogen bei einem Druck von 0,15 mbar und einer Heizmitteltemperatur von 290°C. 72% des Einsatzes für die Molekulardestillation wurden als Destillat (=Dämpferdestillatkonzentrat) abgezogen. Das Konzentrat hatte eine Tocopherolkonzentration von 14,8% und eine Sterolkonzentration von 23,5%. Im Rückstand wurden nur Spuren von Tocopherol (0,2%) und freiem Sterol (0,6%) gefunden. Die Tocopherol- und Sterolausbeute bei des Gesamtprozesses lag nominell über 100%, die freie Sterolausbeute bei 88%.

Vergleichsbeispiel

Dämpferdestillat aus der Sojaölraffination wurde zur Entsäuerung einer Kurzwegdestillation bei 1 mbar und 250°C

unterzogen. Das Einsatzmaterial hatte eine Tocopherolkonzentration 9,8% und eine freie Sterolkonzentration von 8,1%. Die Säurezahl betrug 100. 58% des Einsatzes wurden als Destillat abgetrennt. Im Destillat wurden 2,6% Tocopherol und 0,9% Sterol gefunden. Dies entspricht einem Verlust von 20% des eingesetzten Tocopherols mit dem Destillat. Andererseits betrug die Säurezahl des Rückstands noch 35, so daß die Entsäuerung bei weitem nicht so vollständig wie in den oben genannten Beispielen ist.

10

Patentansprüche

1. Verfahren zum Aufkonzentrieren von Tocopherolen und/oder Sterolen aus tocopherol- und/oder sterolhaltigen Gemischen von Fetten und/oder Fettderivaten, **dadurch gekennzeichnet**, daß man die Gemische direkt einer fraktionierten Destillation und einer Molekulardestillation unterwirft. 15
2. Verfahren nach dem Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Sumpfverdampfer für die fraktionierte Destillation ein gewischter Dünnschichtverdampfer eingesetzt wird. 20
3. Verfahren nach dem Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Sumpfverdampfer für die fraktionierte Destillation ein Fallfilmverdampfer eingesetzt wird. 25
4. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß als Ausgangsstoffe Dämpferdestillate eingesetzt werden.
5. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß man Rapsöl-, Sonnenblumenöl- oder Sojaöldämpferdestillate einsetzt. 30
6. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß man zuerst die Fraktionierung und dann die Molekulardestillation durchführt. 35
7. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß man zuerst die Molekulardestillation und dann die Fraktionierung durchführt.
8. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Fettsäurefraktion als Seitenstrom aus der Kolonne abzieht. 40

45

50

55

60

65

- Leerseite -